

Messung der dynamischen Viskosität newtonscher Flüssigkeiten mit Rotationsviskosimetern

Fehlerquellen und Korrekturen bei Zylinder-Rotationsviskosimetern

DIN
53 018
Teil 2

Viscometry; measurement of the dynamic viscosity of Newtonian fluids by means of rotation viscometers; sources of errors and corrections concerning cylindrical rotation viscometers

Viscosimétrie; mesure de la viscosité dynamique des liquides newtoniens par des viscosimètres à rotation; sources d'erreurs et corrections concernant viscosimètres à rotation cylindriques

1 Zweck und Anwendungsbereich

Bei der Anwendung von Rotationsviskosimetern müssen systematische Fehler berücksichtigt werden, die durch die Eigenschaften der Flüssigkeit, durch Besonderheiten des Fließvorganges, durch die Ausführung der Geräte und durch die Versuchsdurchführung verursacht werden.

In dieser Norm werden Fehlerquellen bei Zylinder-Rotationsviskosimetern behandelt und die Korrekturen – soweit möglich – angegeben.

Diese Norm beschränkt sich auf newtonsche Flüssigkeiten. Beim Übergang auf nicht-newtonsche Flüssigkeiten ändern sich nicht nur die hier angegebenen Beziehungen für die Korrekturen, sondern es treten noch weitere Fehlerquellen auf.

2 Anwendungsbereich

Diese Norm setzt ein stationäres Fließfeld zwischen den mit konstanter Winkelgeschwindigkeit rotierenden Randflächen voraus.

Außerhalb des Anwendungsbereiches liegen:

- Ein- und Ausschaltvorgänge sowie Drehschwingungen,
- Überlagerung anderer Grundströmungen über die der Rotation,
- Fehler der reinen Zeit-, Drehzahl- und Drehmomentbestimmung oder -einstellung einschließlich der Fehler von Registriergeräten oder der Rückwirkung von Regelstrecken.

Bei vielen der im folgenden aufzuführenden Fehlerquellen sind die Auswirkungen bei engeren Spaltweiten besser zu übersehen oder zu vermeiden. Deshalb sollen beim Aufbau von Rotationsviskosimetern die Grenzen $\delta \leq 1,1$ und $L \geq 1,5 \cdot R_i$ eingehalten werden. Hierbei bedeuten (vergleiche DIN 53 018 Teil 1) δ das Verhältnis von Innenradius des Außenzylinders R_a zum Außenradius des Innenzylinders R_i und L die Zylinderlänge.

Anmerkung: Bei größeren Werten von δ , mit denen man nur in Sonderfällen arbeiten sollte, sind die angegebenen Korrekturen nicht mehr zuverlässig.

3 Korrigierbare Fehler und Korrekturen

3.1 Stirnflächeneinflüsse

Die Einflüsse der endlichen Zylinderlänge und der Stirnflächen auf die Beziehung zwischen Drehmoment und Winkelgeschwindigkeit bei schleichend laminarer Bewegung der Flüssigkeit setzen sich aus zwei Anteilen zusammen:

- Zwischen den Stirnflächen von Innen- und Außenzylinder wird ein besonderes Fließfeld aufgebaut, das einen eigenen Anteil zu dem zu messenden Dreh-

moment liefert. Dieser Anteil vergrößert stets das Drehmoment gegenüber dem des Fließfeldes im Zylinder-ringspalt allein.

- Die vom Fließfeld im Meßspalt und vom Feld an den Stirnflächen herrührenden Drehmomente sind im allgemeinen nicht additiv, sondern nur dann, wenn der radiale Verlauf der Winkelgeschwindigkeit für die beiden ungestörten Felder an ihrer Berührungsstelle gleich ist.

Zweckmäßig wird der Stirnflächeneinfluß durch eine fiktive Zylinderlänge ΔL beschrieben, die beide Effekte (Absatz a und b) berücksichtigt. Dann wird die Margules-Formel (siehe Gleichung (7) in DIN 53 018 Teil 1, Ausgabe März 1976) erweitert zu:

$$M = \frac{4\pi \cdot R_a^2 \cdot R_i^2}{R_a^2 - R_i^2} \cdot \Omega \cdot \eta (L + \Delta L) = \frac{\Omega \cdot \eta}{k} \cdot c_L \quad (1)$$

$$\text{mit } c_L = 1 + \frac{\Delta L}{L}$$

In Gleichung (1) ist c_L der Widerstandsbeiwert der Stirnflächenkorrektur, η die dynamische Viskosität, Ω die Winkelgeschwindigkeit, M das Drehmoment und k der Fließfeldkoeffizient (siehe DIN 53 018 Teil 1). Zur näherungsweisen Berücksichtigung der Stirnflächeneinflüsse stehen mehrere Verfahren zur Verfügung.

3.1.1 Vermeidung großer Stirnflächeneinflüsse durch die Bauform

$\Delta L/L \ll 1$ bzw. $c_L \approx 1$ wird durch die Anordnungen 1 bis 3 in Tabelle 1 erreicht.

3.1.2 Experimentelle Bestimmung des Stirnflächeneinflusses

Die Messungen werden an zwei geometrisch verschiedenen Anordnungen (4 oder 5 in Tabelle 1) so durchgeführt, daß zwei unabhängige Gleichungen entstehen, die nach ΔL oder η aufgelöst werden können.

Durch die Form der Auswertung können sich Fehlerstreuungen im Ergebnis verstärkt auswirken. In der Anordnung 4 in Tabelle 1 ist vorausgesetzt, daß die Stirnflächeneinflüsse für beide Zylinderlängen gleich sind. In der Anordnung 5 ist vorausgesetzt, daß die Stirnflächeneinflüsse nicht über die Unterflüssigkeit hinauswirken.

Anmerkung: Bei den Stirnflächeneinflüssen wurde eine größere Anzahl von Möglichkeiten zu ihrer Erfassung behandelt, um der jeweiligen Meßaufgabe möglichst gerecht zu werden. Freitragende Flüssigkeitsringspalte beseitigen den Stirnflächeneinfluß besonders leicht und vollkommen. Das wiederholbare Füllen ist jedoch schwierig; bei kleinen und mittleren Viskositäten fließt die Flüssigkeit leicht aus. Schutzringe erschweren den Zusammenbau und die Reinigung, sie sind bei Searle-Viskosimetern kon-

Fortsetzung Seite 2 bis 9
Erläuterungen Seite 9

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

struktiv schwierig zu verwirklichen; einige Autoren bezweifeln ihre Wirksamkeit. Luftpolster unter dem Innenzylinder können instabil werden; einmal verdrängte Luftblasen steigen auf, worauf Flüssigkeit für die richtige Füllhöhe fehlt. Der allgemeinen Verwendung von Unterflüssigkeiten stehen die häufige Mischbarkeit, Emulsionsbildung und Randwinkeleffekte entgegen. Mitunter wird die Entscheidung für eine bestimmte Stirnflächenausbildung durch die Eigenart der Flüssigkeit beeinflusst (Verdampfung, Hautbildung, Feuchtigkeitsaufnahme).

3.1.3 Berechnung der Stirnflächeneinflüsse

Durch geeignete Form und Anordnung der Stirnflächen ist zu erreichen, daß der Anteil nach Abschnitt 3.1 a) berechnet werden kann. Besondere Bedeutung kommt den Anschlußbedingungen zwischen den Feldern der Stirnflächen und des Meßspaltes zu, die so gewählt werden, daß der Anteil nach Abschnitt 3.1 b) vernachlässigt oder näherungsweise berechnet werden kann (Nr 6 und 7 in Tabelle 1). Richtwerte für den Einfluß eines Stirnflächenpaares nach Nr 6 in Tabelle 1 sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

3.1.4 Stirnflächen-Anpassung nach Mooney und Ewart

Die Stirnflächeneinflüsse können nach der Methode von Mooney und Ewart erfaßt werden (siehe Nr 8 in Tabelle 1).

3.2 Fehler durch exzentrische Zylinderstellung

Verlaufen die Achsen der Zylinder parallel, aber im Abstand e voneinander (siehe Bild 1), so sind die am Innen- und Außenzylinder angreifenden Drehmomente voneinander verschieden. Dafür treten Kräftepaare senkrecht zu den Achsen und zur Richtung des Achsenabstandes auf. Für die Drehmomente gilt

$$M_{jl} = \frac{\Omega \cdot \eta}{k} \cdot c_E^{(jl)} \tag{2}$$

mit $j = a, i; l = a, i$

Die Widerstandsbeiwerte exzentrischer Zylinderstellungen $c_E^{(jl)}$ für unendlich lange Zylinder sind nach der Theorie von W. Müller streng zu berechnen; sie liegen auch tabelliert vor. Die Bedeutung der Doppelindizes ergibt sich aus den Bildern 1 und 2.

Tabelle 1. Stirnflächeneinflüsse bei Zylinder-Rotationsviskosimetern

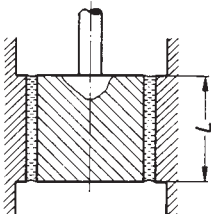
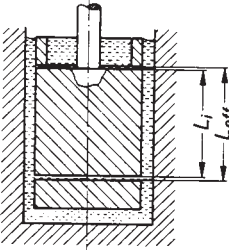
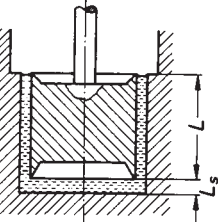
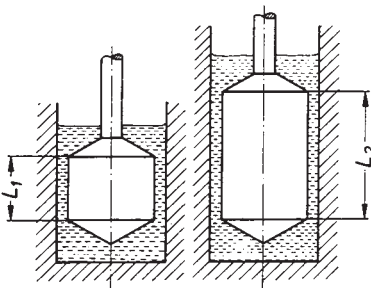
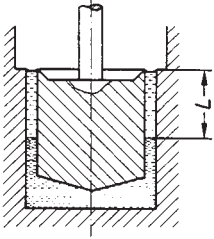
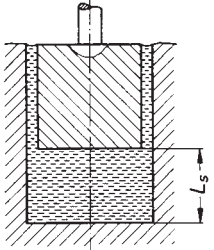
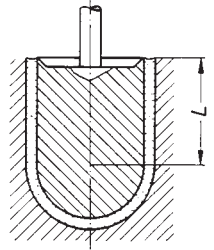
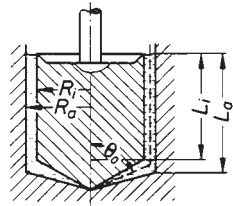
Nr	Längsschnitt	Beschreibung der Anordnung	Erfassung der Stirnflächeneinflüsse
1		Freitragende Flüssigkeitsprobe, gehalten durch hohe Viskosität, Oberflächenspannung und gegebenenfalls durch leichten Überdruck unter dem Meßspalt.	Praktisch keine Stirnflächeneinflüsse.
2		Schutzringe für den Zylinder, an dem das Drehmoment gemessen wird (vorwiegend Couette-Typ).	Die Endflächeneinflüsse wirken auf die Schutzringe. $L_{eff} = L_i + \Delta L$ ΔL wird als Summe der halben axialen Abstände zwischen den Schutzringen und dem zugehörigen Zylinder angesetzt.
3		Luftpolster unter der unteren Stirnfläche des Innenzylinders, an dem das Drehmoment gemessen wird. Am oberen Zylinderende ein Überlauf.	Stirnflächeneinflüsse oben praktisch nicht vorhanden. Die Einflüsse an den unteren Stirnflächen sind gering, wenn $L_s \approx 3 \cdot (R_a - R_i)$.
4		Drehmomentvergleich bei einem Viskositätswert und zwei Zylindern verschiedener Längen L_1 und L_2 , alle anderen Abmessungen und Abstände sowie die Winkelgeschwindigkeit sind unverändert.	$M_1 = 4 \pi \cdot R_i^2 \cdot \frac{\delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \Omega \cdot \eta \cdot (L_1 + \Delta L)$ $M_2 = 4 \pi \cdot R_i^2 \cdot \frac{\delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \Omega \cdot \eta \cdot (L_2 + \Delta L)$ $\Delta L = \frac{L_1 \cdot M_2 - L_2 \cdot M_1}{M_1 - M_2}$

Tabelle 1. (Fortsetzung)

Nr	Längsschnitt	Beschreibung der Anordnung	Erfassung der Stirnflächeneinflüsse
5		Drehmoment M_u bei Füllung mit einer Unterflüssigkeit allein und Drehmoment M_x zusätzlich mit der nicht mischbaren oder Emulsionen bildenden Meßflüssigkeit (Viskosität η). Vergleich der Drehmomente bei gleicher Winkelgeschwindigkeit Ω .	$M_u = \frac{4 \pi \cdot R_i^2 \cdot \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \Omega \cdot \eta \cdot \Delta L \text{ (formal)}$ $M_x = \frac{4 \pi \cdot R_i^2 \cdot \delta^2}{\delta^2 - 1} \cdot \Omega \cdot \eta \cdot (L + \Delta L)$ $\Delta L = \frac{L \cdot M_u}{M_x - M_u}$
6		Planparallele Stirnflächen. Grenzesetz für verschwindend kleinen Meßspalt und sehr großen Abstand A der Stirnflächen von Innen- und Außenzylinder.	(Roscoe) $\lim_{\substack{\delta \rightarrow 1 \\ L_s \rightarrow \infty}} \Delta L = (\delta - 1) \cdot \frac{R_i}{\pi} \cdot \left[\frac{5 \delta - 3}{\delta} \times \right. \\ \left. \times \ln \left(\frac{\delta}{\delta - 1} \right) - 1,422 \right]$
7		Konzentrische Halbkugeln mit R_a und R_i wie im zylindrischen Teil.	(Dietzel und Brückner) Die Einflüsse nach Abschnitt 3.1 b) sind hier besonders klein. $c_L = 1 + \frac{R_i \cdot \delta}{L} \cdot \frac{\delta^2 - 1}{\delta^3 - 1}$ Für enge Spalte mit $\delta - 1 \ll 1$ folgt $c_L = 1 + \frac{2}{3} \cdot \frac{R_i \cdot \delta}{L}$ Im Bereich der Halbkugeln nimmt das Geschwindigkeitsgefälle zur Achse hin ab.
8		Der Zylinder-Meßspalt mit der mittleren Schubspannung $\tau_0 = (\tau_i + \tau_a)/2$ und der Kegel-Meßspalt mit der mittleren Schubspannung τ in der Spaltmitte sind auf $\tau = \tau_0$ abgestimmt.	(Mooney und Ewart) In dieser Anordnung herrschen besonders einheitliche Schubspannungen. $\Delta L = \frac{1}{2} \cdot \frac{R_i}{\sin \theta_0} \cdot [(\delta - 1) \cdot (1 - \cos \theta_0) + B]$ $\text{mit } B = \frac{2}{3} \cdot \sqrt{\frac{2 \delta^2}{\delta^2 + 1}}$ bei Verwendung von L_i (siehe Längsschnitt) und für Ausbildung nur eines Stirnflächenpaares als Kegel-System.